

(FOR JP 2-46691B2)
PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 60-054999
(43)Date of publication of application : 29. 03. 1985

(51)Int. CI. C30B 29/62

C30B 29/02

// C01B 31/02

D01F 9/12

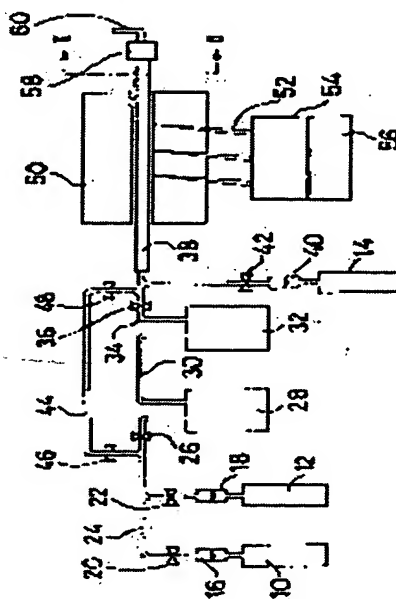
(21)Application number : 58-162607 (71)Applicant : NIKKISO CO LTD

(22)Date of filing : 06. 09. 1983 (72)Inventor : ARAKAWA KOHEI

(54) PRODUCTION OF CARBON FIBER GROWN IN VAPOR PHASE

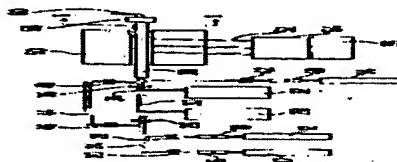
(57)Abstract:

PURPOSE: A carrier gas containing a carbon compound, an organosilicon compound and hydrogen sulfide is heated to achieve high-efficiency production of carbon fibers by the vapor phase growth process. CONSTITUTION: The inside of the reactor tube 38 is replaced with N₂ gas by purging it fed from bomb 12 through by-path 44. Then, H₂ from bomb 10, as a carrier gas, is sent to the



THIS PAGE BLANK (USPTO)

generator 28 containing a carbon compound such as benzene and the other generator 32 containing an organosilicon compound such as diethylsilane. The resultant carrier gas is combined with hydrogen sulfide gas from bomb 14, then sent to the reactor 38 where the gas is heated with an electric furnace 50 at about 700W1,300° C to allow carbon fibers to grow in vapor phase.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

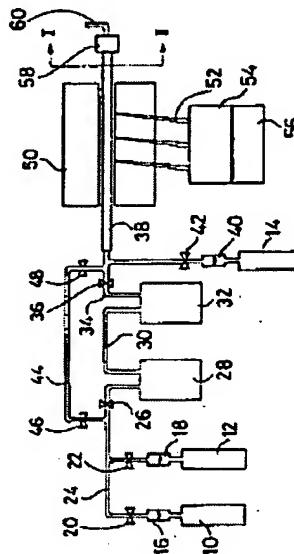
Copyright (C); 1998, 2003 Japan Patent Office

THIS PAGE BLANK (USPTO)

Patent number: JP60054999
Publication date: 1985-03-29
Inventor: ARAKAWA KOUHEI
Applicant: NITSUKISOU KK
Classification:
- **international:** C30B29/62; C30B29/02
- **european:**
Application number: JP19830162607 19830906
Priority number(s):

PURPOSE: A carrier gas containing a carbon compound, an organosilicon compound and hydrogen sulfide is heated to achieve high-efficiency production of carbon fibers by the vapor phase growth process.

CONSTITUTION:The inside of the reactor tube 38 is replaced with N2 gas by purging it fed from bomb 12 through by-path 44. Then, H2 from bomb 10, as a carrier gas, is sent to the generator 28 containing a carbon compound such as benzene and the other generator 32 containing an organosilicon compound such as diethylsilane. The resultant carrier gas is combined with hydrogen sulfide gas from bomb 14, then sent to the reactor 38 where the gas is heated with an electric furnace 50 at about 700-1,300 deg.C to allow carbon fibers to grow in vapor phase.



1 of 1

THIS PAGE BLANK (USPTO)

⑬ Int. Cl. ³	識別記号	庁内整理番号	⑭公告 平成2年(1990)10月17日
D 01 F 9/127		6791-4L	
C 01 B 31/04		6345-4G	
C 30 B 29/02		8518-4G	
		8518-4G	
D 01 F 9/133		6791-4L	

発明の数 4 (全6頁)

⑯ 発明の名称 気相成長炭素繊維の製造法

⑰特 願 昭58-162607

⑱公 開 昭60-54889

⑲出 願 昭58(1983)9月6日

⑳昭60(1985)3月29日

㉑発 明 者 荒 川 公 平 東京都渋谷区恵比寿3丁目43番2号 日機装株式会社内

㉒出 願 人 日 機 装 株 式 会 社 東京都渋谷区恵比寿3丁目43番2号

㉓代 理 人 弁理士 浜田 治雄

審 査 官 船 越 巧 子

㉔参 考 文 献 特開 昭57-89863 (JP, A) 特開 昭56-118913 (JP, A)

特公 昭58-31430 (JP, B2) 特公 昭54-35189 (JP, B2)

1

2

㉕特許請求の範囲

1 硫黄および炭素含有ケイ素化合物のガスとキャリアガスとの混合ガスを温度コントロールした反応帯域に連続的に導入し、所定温度に加熱することにより、浮遊状態で炭素繊維を生成させ、これを連続的に加熱域から流出させることを特徴とする気相成長炭素繊維の製造法。

2 硫黄含有ケイ素化合物のガスとキャリアガスと炭素化合物との混合ガスを温度コントロールした反応帯域に連続的に導入し、所定温度に加熱することにより、浮遊状態で炭素繊維を生成させ、これを連続的に加熱域から流出させることを特徴とする気相成長炭素繊維の製造法。

3 炭素含有ケイ素化合物のガスとキャリアガスと硫化水素ガスとの混合ガスを温度コントロールした反応帯域に連続的に導入し、所定温度に加熱することにより、浮遊状態で炭素繊維を生成させ、これを連続的に加熱域から流出させることを特徴とする気相成長炭素繊維の製造法。

4 ケイ素化合物のガスとキャリアガスと硫化水素ガスと炭素化合物のガスとの混合ガスを温度コントロールした反応帯域に連続的に導入し、所定温度に加熱することにより、浮遊状態で炭素繊維を生成させ、これを連続的に加熱域から流出させることを特徴とする気相成長炭素繊維の製造法。

発明の詳細な説明

〔発明の属する技術分野〕

本発明は、気相中で連続的に炭素繊維を製造する方法に関し、更に詳細には、炭素供給源、ケイ素供給源、硫黄供給源（それらの内2種は、両元素を含有した一化合物であつてもよい）とキャリアガスとからなる混合ガスを700℃から1300℃の範囲で加熱することを特徴とする気相成長炭素繊維の製造法に関する。

〔従来技術とその問題点〕

気相成長炭素繊維は、高強度、高弾性、高導電性、高耐食性、高生体適合性などの優れた特性を有し、特に機械的特性を例にとれば、すでに商品化されているPAN系炭素繊維、ピッチ系炭素繊維、レーヨン系炭素繊維性能を遥かに凌駕するものであり、理想的素材と言える。

従来、気相成長炭素繊維は、電気炉内にアルミナなどの磁器、黒鉛などの基板を置き、これに鉄、ニッケルなどの超微粒子触媒を形成せしめ、この上にベンゼンなどの炭化水素のガスと水素キャリアガスの混合ガスを導入し、1010°~1300℃の温度下に炭化水素を分解せしめることにより、基板上に炭素繊維を成長させる方法が知られている。基板上に上記炭素成長核、超微粒子触媒を形成させる方法は、基板に、鉄、ニッケルまたはそ

これらの合金の100入程度の超微粒子を懸濁させたアルコール懸濁液をスプレーするかまたは塗布して乾燥することである。また、前記懸濁液に代えて硝酸鉄水溶液を基板に塗布して乾燥させてもよい。次いで、前記基板を電気炉内の反応管に入れ、ベンゼンや水素を加えて1010℃～1300℃に加熱すれば、還元と成長が進行する。

場合によっては積極的に基板上に触媒を生成させなくても、不純物として基板や反応管に付着もしくは包含されている粒子を触媒として繊維を生成して、研究者が触媒の存在を意識していない場合もある。

ただし、いずれにしても繊維は触媒により生成しているので、触媒を保有する基板もしくは反応管から生えており、反応管からは出てこない。

しかし、このような方法では、①基板表面の微妙な温度ムラや、周囲の繊維の密生度によって長さの不均一が起り易いこと、また②炭素の供給源としてのガスが反応によって消費されることにより反応管の入口に近い所と出口に近い所で繊維径が相当異なること、③基板表面でのみ生成が行なわれるため、反応管の中心部分は反応に関与せず収率が悪いこと、④超微粒子の基板への分散、還元、成長次いで繊維の取出しという独立に実施を必要とするプロセスがあるため、連続製造が不可能であり、従って生産性が悪いなどの問題点を有する。そのため、コスト面において、すでに商品化されているPAN系炭素繊維、ピッチ形炭素繊維、レーヨン系炭素繊維に対抗することは、特殊な用途を除いて不可能と言える。

〔発明の目的〕

それ故、この発明の一般的な目的は、上述の問題点を除去し、生産性を高めることのできる気相成長炭素繊維の連続製造方法を提供するにある。

本発明の別の目的は、気相成長炭素繊維の需要を大幅に伸ばし、気相成長炭素繊維が炭素繊維の主役を占めることを可能にすることである。

〔発明の要点〕

この目的を達成するため、この発明に係る気相成長炭素繊維の製造法は、硫黄および炭素含有ケイ素化合物のガスとキャリアガスとの混合ガスを温度コントロールした反応帯域に連続的に導入し、所定温度に加熱することにより、浮遊状態で炭素繊維を生成させ、これを連続的に加熱域から

流出させることを特徴とする。

また別法として、硫黄含有ケイ素化合物のガスとキャリアガスと炭素化合物との混合ガスを温度コントロールした反応帯域に連続的に導入し、所定温度に加熱することにより、浮遊状態で炭素繊維を生成させ、これを連続的に加熱域から流出させることを特徴とする。

また別法として、炭素含有ケイ素化合物のガスとキャリアガスと硫化水素ガスとの混合ガスを温度コントロールした反応帯域に連続的に導入し、所定温度に加熱することにより、浮遊状態で炭素繊維を生成させ、これを連続的に加熱域から流出させることを特徴とする。

また別法として、ケイ素化合物のガスとキャリアガスと硫化水素ガスと炭素化合物のガスとの混合ガスを温度コントロールした反応帯域に連続的に導入し、所定温度に加熱することにより、浮遊状態で炭素繊維を生成させ、これを連続的に加熱域から流出させることを特徴とする。

本発明における炭素供給源としての炭素化合物とは、有機鎖式化合物または有機環式化合物からなる有機化合物全般が対象となるが、特に高い収率を得るには脂肪族炭化水素、芳香族炭化水素である。しかし、炭化水素化合物以外に窒素、酸素、硫黄、弗素、塩素、臭素、沃素、磷、砒素の内の一種以上を含むものも使用できる。これらの元素は含まない方が良好であるが、特に硫黄については問題が少ないため、炭素と水素と硫黄との組合せからなる場合には好適である。具体的な個々の化合物の例を挙げると、メタン、エタン等のアルカン化合物、エチレン、ブタジエン等のアルケン化合物、アセチレン等のアルキン化合物、ベンゼン、トルエン、スチレン等のアリアル炭化水素化合物、インデン、ナフタリン、フェナントレン等の縮合環を有する芳香族炭化水素、シクロプロパン、シクロヘキセン等のシクロオレフィン化合物、ステロイド等の縮合環を有する脂環式炭化水素化合物、メチルチオール、メチルエチルスルフィド、ジメチルチオケトン等の含硫脂肪族化合物、フェニルチオール、ジフェニルスルフィド等の含硫芳香族化合物、ベンゾチオフェン、チオフェン等の含硫複素環式化合物等である。また、以上の化合物の2種以上を混合した混合物を使用することも可能である。

本発明におけるガスとは、純ガス体以外にガス体に固体または液体の微粒子を包含する煙霧質も含める広義のガス体を意味するものとする。

キヤリヤガスとしては、周期律表0族のアルゴン、ヘリウム等の希ガスおよび水素、窒素またはこれらの混合ガスの中から選択されるガスであり、水素ガスが最も好ましい。水素ガス以外のガスをキヤリヤガスとして使用する場合、一般に炭素化合物の熱分解が促進されすぎ、かえって炭素繊維の生成を阻害する原因になるため、炭素化合物の濃度を大幅に低下させる必要性がでてくる。

本発明における有機ケイ素化合物とは、ケイ素-炭素結合をもつ有機化合物の他にシラン、ハロゲンシランを便宜上含むものとする。炭素-ケイ素結合を持つ有機化合物としては、テトラメチルシラン、メチルトリフェニルシラン等のオルガノシラン、クロロジフルオルメチルシラン、ブロムトリプロピルシラン等のオルガノハロゲンシラン；メトキシトリメチルシラン、トリメチルフェノキシシラン等のオルガノアルコキシシラン；ジアセトキシジメチルシラン、アセトキシトリプロピルシラン等のオルガノアセトキシシラン；ヘキサエチルジシラン、ヘキサフェニルジシラン、オクタフェニルシクロテトラシラン等のオルガノポリシラン；ジメチルシラン、トリフェニルシラン等のオルガノヒドロゲノシラン； $(\text{SiH}_3)_4$ で表示されるシクロシラン；トリフェニルシラザン、ヘキサエチルジシラジン、ヘキサフェニルシクロトリシラジン等のオルガノシラザン； $(\text{SiH}_2\text{NH})_4$ で表示されるシクロシラザン；ジエチルシランジオール、トリフェニルシラノール等のオルガノシラノール；トリメチルシリル酢酸、トリメチルシリルプロピオン酸等のオルガノシランカルボン酸；トリメチルシリコンイソシアナート、ジフェニルシリコンジイソシアナート等のシリコンイソシアナート；トリメチルシリコンイソチオシアナート、ジフェニルシリコンジイソチオシアナート等のオルガノシリコンイソチオシアナート；シアニ化トリエチルシリル等のオルガノシリコンエステル；ヘキサメチルジシルチアン、テトラメチルシクロジシルチアン等のシルチアン； $(\text{SiH}_3\text{S})_4$ で表示されるジクロシルチアン；ヘキサメチルジシルメチレン、オクタメチルトリシルメチレン等のオルガノジシルメチレン；ヘキサメチルジシロキ

サン、ヘキサプロピルジシロキサン等のオルガノシロキサン等が挙げられるが、その他の炭素-ケイ素結合を含む化合物であつてもよい。また、これらの混合物の使用も可能である。

5 本発明を具体的に説明すると、炭素化合物のガスと有機ケイ素化合物のガスと少量ガスを含むキヤリヤガスとの混合ガスを好適には700℃～1300℃、更に好適には1050℃～1200℃で加熱することによる炭素繊維を生成する方法に関する。炭素化合物、有機ケイ素化合物が液体若しくは固体の場合それを加熱蒸発若しくは昇華によつてガス化する。炭素化合物のガス及び有機ケイ素化合物のガスの全混合ガス中に占める割合は、好ましくは各々0～40%、0.01～40%、更に好ましくは各々10 0.5～10%、0.05～10%である。炭素化合物のガスが0%でも良い理由は、有機ケイ素化合物中に十分な炭素を含んでいる場合があるためである。また、キヤリヤガスには好ましくは0～20%の硫化水素ガスを混合するが、有機ケイ素化合物中若しくは炭素化合物中に硫黄原子が含まれている場合には、必ずしも硫化水素ガスを必要としない。しかし、好ましくは1～10%、最も好ましくは2～5%含むのが良い。

本発明において、炭素供給源としての炭素化合物のガスと有機ケイ素化合物のガスと硫化水素ガスを混合キヤリヤガスとの混合ガスを熱分解することによつて炭素繊維が生成されたという事実から判断し、触媒として機能できるケイ素もしくはケイ素化合物粒子が生成し、加熱帯域を流動しながら炭素繊維を生成・成長させているものと判断する。

また、本発明は、鉄、ニッケル、コバルトまたはそれらの合金の超微粒子や硝酸鉄、硫酸第1鉄のように、従来気相成長炭素繊維の触媒として知られていた金属または金属化合物では、下記の理由で気相触媒として試みられたことがなく、有機ケイ素化合物を試みて気相成長炭素繊維の製造が可能となつたものである。すなわち、鉄の超微粒子を気相中に分散させる場合、第一に超微粒子を定量的に微量送るノーズを設けることが技術的に難しいこと、第二に前記超微粒子の供給が可能であつても超微粒子はエネルギー的に安定な凝集二次粒子を作るため、炉内に入ると、直ちに焼結し、触媒効果を発揮できないような大きな粒子に

なること、第三に超微粒子は表面エネルギーが高いため非常に活性で酸化鉄の状態にあるため、還元
の必要性があるが、炭素供給ガスとの混合ガスにな
っているため、還元前に炭素の表面沈着が起
り、実質的に触媒として機能しなくなる等の理由
で不可能である。硫酸鉄や硫酸第1鉄の場合、蒸
気を得ることが容易でなく、鉄のように超微粒子
を作成する方法が考えられるが、超微粒子となる
とやはり鉄の場合と同様の問題に直面し、不可能
となる。

有機ケイ素化合物を使用し、それを蒸発し気相
中で触媒を生成するという新しい手法によつて触
媒の基板への分散と還元という2つのプロセスを
省略することを可能としたもので、これによつて
気相中で炭素源としての炭素化合物のガスと有機
ケイ素化合物のガスを熱分解することにより、触
媒と炭素繊維を連続的に生成させることが可能と
なった。

また、本発明によれば、従来のように反応が基
板表面だけでなく、全域にわたっているため、高
い収率が得られる。気相中で生成している炭素纖
維は、浮遊運動をしているため、各繊維は平均的
に同一条件で生成していると考えてよく、生成炭
素繊維はアスペクト比の均一なものが得られる。

更に、本発明によれば、装置の大きさや、ガス
の線速度、電気炉の温度を制御することにより、
アスペクト比を変えることが容易である。実験に
よると1100℃以下では主として長さ成長が起り、
1100℃を超えると主として径の成長が目立つてく
る。また、長さの成長範囲においては生成する炭
素繊維の長さが混合ガスの炉内の滞留時間にほぼ
比例するため、1100℃以下の加熱炉と1100℃を超
える加熱炉とを直列に接続することによつて、前
者で長さ成長を完了し、後者で太さ成長を行い、
結果として希望するアスペクト比の炭素繊維を連
続的に生成することが可能である。特に従来の炭
素繊維からは得ることができなかった長さ0.2μ
2000μ、径0.03μ~10μの範囲のアスペクト比一定
の短い炭素繊維を高い収率で連続的に製造する
ことが可能である。また、短繊維をランダムに充填
する複合材料という用途を検討した場合、高強度、
高弾性でアスペクト比100~200が好ましいとい
うことが言われており、本発明がアスペクト比
を自由にコントロール可能であり、特にアスペク

ト比100~200は極めて容易に作成でき、気相成長
炭素繊維特有の高強度、高弾性という機械的特性
を有するという点で、複合材料には理想的素材と
言える。

5 〔発明の実施例〕

次に、この発明に係る気相成長炭素繊維の製造
方法の好適な実施例につき添付図面を参照しなが
ら以下詳細に説明する。

まず、本発明における気相成長炭素繊維を製造
するために使用した装置につき、その概略を示せ
ば、第1図および第2図に示す通りである。

第1図において、参照符号10、12、14は
ガスポンペを示し、それぞれポンペ10には高純
度水素ガス、ポンペ12には窒素ガス、ポンペ1
4には硫化水素ガスが充填される。ポンペ10、
12は、それぞれ流量計18、18およびバルブ
20、22を介してステンレスパイプ24に接続
されている。このパイプ24は、バルブ26を介
してベンゼンを充填した原料ガス発生器28に連
通している。また、この原料ガス発生器28から
ステンレスパイプ30が導出され、このパイプ3
0はジエチルシランを充填したガス発生器32に
連通している。さらにこのガス発生器32からス
テンレスパイプ34が導出され、このパイプ34
25はバルブ36を介して反応管38に連通してい
る。しかるに、この反応管38に連通する前記パ
イプ34の一部に前記ポンペ14が流量計40お
よびバルブ42を介して接続されている。なお、
前述したパイプ24からバルブ26より両ガス発
生器28、32およびバルブ36を介して反応管
38に接続されるパイプ34に至る系に対し、ス
テンレスバイパスパイプ44をそれぞれバルブ4
6、48を介して接続する。

反応管38は、例えば内径22mm、長さ1200mmの
アルミナ管で構成し、その長さ約600mmに亘つて
これを電気炉50内に設置する。この電気炉50
の温度は、熱電対52と3回転PID温度制御器5
4とからなる制御系で制御し、この温度は温度記
録計56で記録するよう構成する。そして、前記
反応管38の終端部にはステンレス繊維フィルタ
58を介して排気パイプ60を連通する。

このように構成した装置は、運転に際し、最初
ポンペ12から供給される窒素ガスをバイパスパ
イプ44を介して反応管38に供給し、反応管3

8内部を窒素ガスで置換して爆発の危険を防止する。次いで、ポンペ10より水素ガスを両ガス発生器28、32に順次供給して水素-ベンゼン-ジエチルシランの混合ガスとなし、これをさらに硫化水素と混合して反応管38に導入し、電気炉50の作用下に反応管38内に予め収納した触媒に対し炭素繊維の気相成長が行われ、得られた炭素繊維はステンレス繊維フィルタ58に捕集される。

第2図は、第1図に示す装置にさらに付加し得る装置を示すものである。すなわち、第2図において、参照符号62は第2の反応管を示し、この第2の反応管62は内径85mm、長さ約1700mmのアルミナ管で構成し、第1図に示す第1の反応管38に直結したものである。この場合、第2の反応管62の入口部に対し、アセチレンガスをさらに混合し得るように構成する。このため、アセチレンガスを充填したガスポンペ64を設け、このポンペを流量計66およびバルブ68を介して前記反応管62の入口部に設けた栓部材70に接続する。また、第2の反応管62は、第1の反応管38と同様に、電気炉72、熱電対74、3回路PID温度制御器76、温度記録計78、ステンレス繊維フィルタ80および排気パイプ82を設ける。なお、この場合、第1の反応管38に対しては、ステンレス繊維フィルタ58および排気パイプ80が省略されることは勿論である。

実施例 1

第1図に示す装置において、ポンペ10に高純度水素ガス、ポンペ14に硫化水素ガス、原料ガス発生器28にベンゼン、有機ケイ素化合物のガス発生器32にジエチルシランを入れて、先づ原料ガス発生器28と有機ケイ素化合物のガス発生器32を加熱してベンゼンとジエチルシランのガスを発生させ、バルブ20、42を調節して流量計16、40により所定量の水素、硫化水素を流す。水素ガスはステンレスパイプ24よりバルブ28を経て原料ガス発生器28に入り、ベンゼンガスと混合されてステンレスパイプ30を経て有機ケイ素化合物のガス発生器32に入り、ここに水素-ベンゼン-ジエチルシランの混合ガスを発生し、ステンレスパイプ34よりバルブ38を経て硫化水素と混合されて反応管38に入る。ベンゼンやジエチルシランがパイプ内に凝縮しない

ようにステンレスパイプ30は80℃に加熱した。混合ガスの組成は $H_2 : H_2S : C_6H_6 : (C_4O)_4SiH_2 = 90.4 : 3.1 : 2.5 : 4.0$ ；総流量は25℃換算で111ml/分~222ml/分の範囲で変化させた。電気炉50は1065℃の温度に設定した。反応管38の内部の温度分布を調べたところ、均熱帯はパイプの中央付近300mmであつた。この反応管38で混合ガスが熱分解反応し、触媒と気相成長炭素繊維が連続的に生成される。すなわち、混合ガスは連続的に供給され、反応管38内で連続的に熱分解し、触媒と気相成長炭素繊維が連続的に生成する。さらにこの連続的に生成した炭素繊維を連続的に加熱域から流出させ、連続的に捕集することができる。生成した気相成長炭素繊維は、ステンレス繊維フィルタ58で捕集し、重量増加分より収率を計算した。また炭素繊維の径、長さについては走査型電子顕微鏡で観察した。結果を第1表に示す。ここで滞留時間は反応量の300mmの均熱帯を通過する時間として求め、総流量は25℃換算の流量。

表 1

	(1)	(2)	(3)
総流量 (ml/分)	111	167	222
滞留時間 (秒)	0.22	0.15	0.11
径 (μ)	0.10	0.10	0.10
長さ (μ)	15.0	11.0	8.0
収率 (%)	51	38	27

第1表より長さはほぼ滞留時間に比例する。

実施例 2

第2図に示す装置により、実施例1で生成した炭素繊維を、1160℃に加熱した第2の反応管62で更に径のコントロールを行つた。反応管62の1160℃における均熱帯は300mmであつた。第1の反応では炭素供給量が少なかったため、更に第2図のポンペ64よりアセチレンガスを標準状態で20ml/分送つた。その結果を第2表に示す。

表 2

	第1の炉	第1+第2の炉
径×長さ(μ)	0.10×15.0	0.20×15.0
径×長さ(μ)	0.10×8.0	0.21×8.0

11

第2表より第2の炉では径のみが成長したことが分る。

実施例 3

混合ガスとして水素ガス：ナフタレン：ヘキサメチルジシラン＝93.5：1.7：4.8、総流量107 ml/分（25℃換算）、電気炉温度1065℃の条件で実施した。収率23%、 $0.10 \times 13\mu$ （径×長さ）の気相成長炭素繊維が得られた。

実施例 4

混合ガスとして水素ガス：トリエチルフェニルシラン：硫化水素ガス＝91.0：5.0：4.0、総流量110 ml/分（25℃換算）、電気炉温度1080℃の条件で実施した。収率42%、 $0.10 \times 16\mu$ の気相成長炭素繊維が得られた。

実施例 5

混合ガスとして水素ガス：トリメチルシリコンイソチオシアナート＝95.0：5.0、総流量105 ml/分（25℃換算）、電気炉温度1070℃の条件で実施

した。収率18%、 $0.11 \times 10\mu$ の炭素繊維が得られた。

図面の簡単な説明

第1図は気相成長炭素繊維の製造に使用した実験装置の系統図、第2図は第1図の装置に接続する第2の気相成長炭素繊維の製造に使用した実験装置の系統図である。

10, 12, 14, 64……ガスボンベ、16, 18, 40, 66……流量計、20, 22, 26, 36, 42, 46, 48, 68……バルブ、24, 30, 34, 44……ステンレスパイプ、28, 32……ガス発生器、38……反応管（第1）、50, 72……電気炉、52, 74……熱電対、54, 76……3回路PID温度制御器、56, 78……温度記録計、58, 80……ステンレス繊維フィルタ、60, 82……排気パイプ、62……反応管（第2）。

FIG. 1

